

PAT-NO: JP410073587A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 10073587 A

TITLE: QUALITY INSPECTION
METHOD FOR INSULATED RESIN FILM

PUBN-DATE: March 17, 1998

INVENTOR-INFORMATION:
NAME

SUMIYA, KEIJI

SUGITANI, HATSUO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

HITACHI CHEM CO LTD

N/A

APPL-NO: JP08231162

APPL-DATE: August 30, 1996

INT-CL (IPC): G01N033/44, G01N001/06 ,
G01N001/28

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To confirm whether a product has the specified inclination-function structure or not by dividing the insulating resin film formed on the surface of a conductor into the specified thickness along the surface from the surface to the inner party and performing the measurement and the analysis for the obtained sample.

SOLUTION: As the contents for measurement or analysis, e.g. composition, molecular weight, constituting elements, constituting material and the like are listed. As the method for separating an insulating resin film, machining is performed by, e.g. precision machine tools and the like such as a precision cutter and a microtome. As the means for measuring or analyzing the sample of the separated insulating resin film, for example, an atomic absorption spectrochemical analysis (AAS), X-ray microanalysis (XMA) and the like are used for the analysis of the composition, the constituting elements and the constituting material. As the insulating resin film, the macromolecular material, which is the insulating resin film obtained by applying synthetic resin paint on the conductor and thereafter baking the paint, has the electric insulation and has no trouble in heat

resistance withstanding the heating, in manufacturing the film such as baking after application and heating in conduction and in workability, is used.

COPYRIGHT: (C)1998, JPO

DERWENT-ACC-NO: 1998-235635

DERWENT-WEEK: 199821

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Quality testing
method of insulated resin coating formed
on conductive body of
motor, transformer - involves
carrying out
measurement analysis for sample piece which
is obtained by cutting
divided resin coating piece along
with electrically
conductive body piece

PATENT-ASSIGNEE: HITACHI CHEM CO LTD[HITB]

PRIORITY-DATA: 1996JP-0231162 (August 30,
1996)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	LANGUAGE	PUB-DATE	PAGES	MAIN-IPC
JP 10073587 A	N/A	March 17, 1998	004	G01N 033/44

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR
APPL-NO	APPL-DATE
JP 10073587A	N/A

1996JP-0231162

August 30, 1996

INT-CL (IPC): G01N001/06, G01N001/28 ,
G01N033/44

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 10073587A

BASIC-ABSTRACT:

The method involves dividing insulated resin coating formed on surface of electrically conductive body into multiple pieces of fixed thickness. Then, the resin pieces along with the electrically conductive body piece are cut separately. The sample pieces are subjected to measurement analysis.

ADVANTAGE - The method improves quality and stability of insulated resin coating and facilitates grasping of information regarding composition, molecular weight of composition, chemical constitution and morphology, correctly and easily.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

DERWENT-CLASS: A35 G02 S03

CPI-CODES: A09-C; A12-E01; A12-E08;
G02-A05B;

EPI-CODES: S03-E13A; S03-E13D; S03-E14D7;

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-73587

(43)公開日 平成10年(1998)3月17日

(51)Int.Cl. [®]	識別記号	府内整理番号	F I	技術表示箇所
G 01 N 33/44			G 01 N 33/44	
1/06			1/06	Z
1/28			1/28	G

審査請求 未請求 請求項の数1 O L (全 4 頁)

(21)出願番号 特願平8-231162	(71)出願人 日立化成工業株式会社 東京都新宿区西新宿2丁目1番1号
(22)出願日 平成8年(1996)8月30日	(72)発明者 住谷 圭二 茨城県日立市東町四丁目13番1号 日立化成工業株式会社山崎工場内
	(72)発明者 杉谷 初雄 茨城県日立市東町四丁目13番1号 日立化成工業株式会社山崎工場内
	(74)代理人 弁理士 廣瀬 章

(54)【発明の名称】 絶縁樹脂被膜の品質検査方法

(57)【要約】

【課題】傾斜機能構造や複合構造の絶縁樹脂被膜が、傾斜機能構造や複合構造になり得ているかなどの詳細な状態を詳細に計測又は分析する方法を提供する。

【解決手段】 傾斜機能構造や複合構造の絶縁樹脂被膜を、表面方向に沿って表面から内部まで適宜分離し、分離した絶縁樹脂被膜試料の各々について計測又は分析する。

1

2

【特許請求の範囲】

【請求項1】導体表面に形成された絶縁樹脂被膜を、表面から内部まで表面に沿って一定の厚さに分割し、得られた試料について計測分析することを特徴とする絶縁樹脂被膜の品質検査方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、導体表面に形成された絶縁樹脂被膜の品質検査方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、ポリビニルホルマール、ポリウレタン、ポリエステル、ポリエスチルイミド、ポリアミドイミドなどの合成樹脂塗料を導体線上に塗布後、焼付けて得られる絶縁電線（以下、エナメル線という）は、それぞれの塗料の特徴に応じてモータやトランジistorなどの各種の用途に使用されている。

【0003】近年、エナメル線を使用する電気メーカーでは、機器の製造工程の合理化のため、自動高速巻線機を導入しているが、巻線加工時にエナメル線が摩擦や衝撃等を受け、エナメル線の絶縁層が機械的損傷を受けてレヤーショートやアース不良を生じ、製品の不良率が増加するという問題が発生している。

【0004】導体線に合成樹脂塗料を焼付けたままのエナメル線は滑り性に乏しいためこのような現象を生ずるものと考えられる。そこで、エナメル線に滑り性を付与するために、エナメル線上に流動パラフィン、固体パラフィン、絶縁油、ワックス等を塗布する第一の方法、又は、合成樹脂塗料を導体線上に塗布焼付けた被膜をアンダーコートとし、その上に機械的強度及び耐摩耗性に優れたナイロン等をオーバーコートする第二の方法が前記不良の対策として採用されている。

【0005】しかし、第一の方法では、巻線後のワニス含浸工程や樹脂注型工程において、含浸ワニスや注型樹脂との親和性に劣るため、接着不良やボイドが発生しやすいという問題があった。

【0006】また、第二の方法では、オーバーコートをアンダーコートと同条件（炉温、焼付け速度など）で焼付けることができないため生産性が低下し、また、カットスルー温度などのエナメル線特性が低下するという問題があった。さらに価格も高いため使用範囲が限定されていた。

【0007】第二の方法の一つとして、ワックスや低分子量ポリエチレンをエナメル線用合成樹脂塗料に分散し、アンダーコートした絶縁電線にアンダーコートと同じ条件でオーバーコートする方法がある。この方法によれば、アンダーコートと同条件でオーバーコートすることができるが、ワックスや低分子量ポリエチレンはエナメル線用合成樹脂及びその溶剤との相溶性に乏しく、エナメル線用合成樹脂塗料中に分散し難く、たとえ強力に搅拌するなどの方法で無理に分散させたとしても短時間

で分離してしまうという欠点がある。

【0008】このため、上記の欠点を克服する目的で、絶縁電線被膜の表面上に分散性及び高温保存安定性に優れる自己潤滑性被膜を形成した多層絶縁電線被膜が開発されている。このような自己潤滑性被膜を形成できるエナメル線用合成樹脂塗料としては、例えば、部分けん化エステルワックスと低分子量ポリエチレンとを組み合わせて分散させたものなどがある。材質、性質の異なる被膜を複合化するとき、被膜の組成を連続的に変化させた傾斜組成、被膜の構造を連続的に変化させた傾斜構造を形成することにより異種材料の界面での剥離や離脱のない強韌な材料を得ることができる。組成や構造を連続的に変化させると被膜の機能も連続的に変化する、すなわち、傾斜機能化させることができる。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】このような多層絶縁電線被膜も含めて、絶縁樹脂被膜における機能性材料の傾斜機能化や複合化において重要なことは、製品が所定の傾斜機能構造や複合構造となっているか否かについて、

20 内部の詳細な品質を確認することである。

【0010】従来、内部状態を計測、分析する手段としては、X線光電子分光分析（XPS）やフーリエ変換赤外分光分析（FT-IR）のほかに、ラマン散乱分光分析、2次イオン質量分析（SIMS）などが一般的に用いられている。

【0011】高分子材料の形状が平板状であればイオンエッティング、機械的な研磨加工と上記の分析機器を併用すれば詳細な内部状態の計測、分析は不可能ではない。

しかし、これらの手法では分析によって得られる情報や分析可能な深さ範囲が $1\sim 2\mu m$ に制限されるため、現状の絶縁樹脂被膜の品質管理には非効率的であった。このため傾斜機能構造や複合構造の絶縁樹脂被膜については全体を計測、分析して得られた絶縁樹脂被膜全体の平均値を得るにとどまり、傾斜機能構造や複合構造になり得ているかなどの詳細な状態を確認することは極めて困難であった。本発明は、かかる絶縁樹脂被膜について、詳細に計測又は分析する方法を提供しようとするものである。

【0012】

40 【課題を解決するための手段】本発明は、導体表面に形成された絶縁樹脂被膜を、表面から内部まで表面に沿って一定の厚さに分割し、得られた試料について計測分析することを特徴とする絶縁樹脂被膜の品質検査方法である。

【0013】すなわち、導体表面に形成された絶縁樹脂被膜を、表面方向に沿って表面から内部まで適宜分離し、分離した絶縁樹脂被膜試料の各々について計測又は分析する。

【0014】

50 【発明の実施の形態】計測又は分析する内容としては、

組成、分子量、構成元素、構成物質、化学構造、モルフオロジーなどが挙げられる。

【0015】絶縁樹脂被膜を表面から内部まで分離するとき、厚さ及び間隔は分離した該絶縁樹脂被膜試料について、どのような内容について、どのような手段によって計測又は分析するかによって異なるが、それぞれの計測又は分析手段に必要な、厚さ、面積、体積、質量があればよく、他に制限はない。

【0016】絶縁樹脂被膜を分離する方法については、目的の加工ないし分離が可能な方法であれば特に制限しないが、精密切断機、精密フライス盤、精密旋盤、精密マシニングセンタ、フォーカスドライオノビーム(FIB)、精密マニュピレータ、精密レーザーメス、精密高圧ウォーターメス、ミクロトーム等の精密工作機械などが加工するのに好適である。ただし、加工の際、異常に高熱を発生するものは絶縁樹脂被膜を劣化させ、正確な計測、分析データが得られないで加工ないし分離するときの試料温度に留意する必要がある。

【0017】分離した絶縁樹脂被膜試料を計測又は分析する手段としては、種々の計測、分析機器があり、また新規あるいは現行装置を改善した高分解能計測、分析機器が登場すれば、より高精細な品質管理の情報が得られやすいので計測、分析の目的によって適宜に選択すればよい。

【0018】現在公知の計測、分析機器を例示すると、組成、構成元素、構成物質の分析については原子吸光分光分析(AAS)、ガスクロマトグラフィー(GC)、X線マイクロアナリシス(X-MA)、電子線マイクロアナリシス(EPMA)、2次イオン質量分析(SIM-S)及びX線電子分光分析(XPS)などが挙げられ、分子量の測定については、サイズ排除クロマトグラフィー(SEC)などが挙げられ、化学構造の解析については核磁気共鳴分光分析(NMR)、赤外分光分析(IR)及び質分析法(MS)などが挙げられ、モルフォロジーについては、走査型プローブ顕微鏡(SP M)、走査型電子顕微鏡(SEM)及び透過型電子顕微鏡(TEM)などが挙げられる。

【0019】また、本発明が対象とする絶縁樹脂被膜としては、合成樹脂塗料を導体上に塗布後、焼付けて得られる絶縁樹脂被膜が挙げられるが、電気的絶縁性があり、塗布後、焼付け等の被膜作製時の加熱、導電時の発熱に耐えうる耐熱性や加工性に問題がない高分子材料からなる絶縁樹脂被膜であればよく、他に制限はない。これらの高分子材料1種と無機材料や金属材料を用いた複合材料、及び傾斜機能材料、又はこれらの高分子材料2種以上用いた複合材料、及び傾斜機能材料などであってもよい。また、絶縁樹脂被膜の厚さは、通常0.05~500μm程度である。形状は平板状、円筒状、楕円筒状、多角筒状など各種の形状があるが特に制限しない。

【0020】前記高分子材料としては、ポリブタジエ

ン、ポリイソブレン等のジエン、ポリエチレン、ポリアロビレン等のポリオレフィン、ポリスチレン、ポリ塩化ビニルポリ塩化ビニリデン、フッ素樹脂、ポリ酢酸ビニル、ポリビニールアルコール、メタクリル酸エステル重合体、ポリアクリロニトリル、ポリアミド、ポリエーテル、ポリカーボネート、熱可塑性ポリエスチル、不飽和ポリエスチル、ポリウレタン、フェノール樹脂、アミノ樹脂、エポキシ樹脂、ポリオルガノシロキサン、ポリイミド、ポリサルホン、ポリアリレート、天然ゴム、ポリクロロブレン、アクリルゴム、ニトリルゴム、多硫化ゴム、フッ素ゴム、シリコーンゴム、セルロース等の天然樹脂、アルキド樹脂、フェノール樹脂、アミノアルキド樹脂、アクリル樹脂、シリコーン樹脂、炭化水素樹脂などが挙げられる。高分子材料としては接着性又は粘着性被膜を形成する材料であってもよく、このようなものとしては、ホルムアルデヒド縮合樹脂、ビニル樹脂、反応型アクリレート、ゴム、エポキシ樹脂、ポリウレタン、炭水化物及び蛋白質、シリコーン樹脂、ポリアミド及びポリイミド等から適宜選択される。さらに、これらの材料を2種以上混合したり、これらの材料に無機材料や金属材料を配合したりした複合材料を用いた被膜が挙げられる。被膜の構造としては、単純に複合化したもの、組成や構造を連続的に変化させて傾斜機能化させた被膜が挙げられる。

【0021】

【実施例】

傾斜組成エナメル被膜を有するエナメル線の作製

マグネシウムを含む高級脂肪酸を、マグネシウムの含有量が異なるように潤滑剤として配合したポリアミドイミ

ドワニスを5種類用意した。マグネシウムの含有量は、塩化マグネシウム換算での濃度が1重量%となるようにしたもの(ワニスAとする)、0.75重量%となるようにしたもの(ワニスBとする)、0.5重量%となるようにしたもの(ワニスCとする)、0.25重量%となるようにしたもの(ワニスDとする)及び0としたものの(ワニスEとする)とした。ワニスE、ワニスD、ワニスC、ワニスBを順次、直徑1.0mmの鉛線に、ダイス塗りし、次いで、ダイスを通して厚さ調整し、さらに豊型熱風炉(炉長5m、入り口温度320°C、出口温度450°C)をとおして焼き付けた。この間線速を14m/分とした。ついで、同様にして、ワニスE、ワニスD、ワニスC、ワニスBを順次重ね塗りし、焼き付けた。

実施例1

傾斜組成エナメル被膜の品質評価

得られたエナメル線のエナメル被膜を以下の方法で品質評価した。厚さ50μmの該エナメル被膜を2.5×4×10mmの試料台(アクリル樹脂製)に固定した後、ミクロトームに設置した。ミクロトームのダイヤモンド

50 ナイフによって該エナメル被膜を表面から内部まで等分

5

に10分割し、各々のはく状試料(0.3×0.3mm²)をAAS法によって分析してMg元素の含有量を調べた。得られたMg元素の含有量を、塩化マグネシウムに換算して表1に示す。なお、用いた分析機器は、偏向ゼーマン原子吸光分光光度計(株式会社日立製作所製、Z-8100(商品名))である。また、測定条件は、光電子増倍管電圧:450V、スリット:0.4mm、時定数:0.2秒とした。

【0022】比較例1

実施例1で調べたものと同じエナメル線について、エナメル被膜を、分割しないでそのまま、X線光電子分光分析(XPS)により表面から深さ方向のMg元素の分布をXPS分析によって分析し、実施例1と同様にしてMg元素の含有量を調べた。得られたMg元素の含有量*

6

*を、塩化マグネシウムに換算して表1に示す。なお、用いた分析機器は、X線光電子分光装置(理学電機株式会社製、XPS-7000(商品名))である。また、測定法は、WIDEとし、積算回数:20回、X線出力:300Vとした。

【0023】比較例2

実施例1で調べたものと同じエナメル線について、エナメル被膜を、分割しないでそのままAAS法によって分析してMg元素の含有量を調べた。得られたMg元素の含有量を、塩化マグネシウムに換算して表1に示す。なお、表1において数値の単位は、重量%×10⁻²である。

【0024】

【表1】

試料番号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
実施例1	95	81	55	30	22	19	14	12	9	5	平均34
比較例1	91	75	以下分析不能								
比較例2	33	(全体)									

【0025】

【発明の効果】本発明によれば、絶縁樹脂被膜について、表面から内部にいたる情報(組成、分子量、構成元※

※素、構成物質、化学構造、モルフォロジー)を正確かつ詳細に把握でき、該絶縁樹脂被膜の品質の安定及び向上を図る上で好適である。